

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

11.06.2004

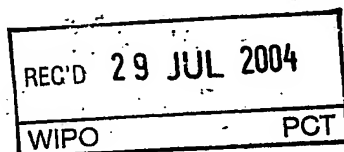
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 3 年   6 月 1 3 日  
Date of Application:

出 願 番 号            特 願 2 0 0 3 - 1 6 9 7 9 5  
Application Number:  
[ST. 10/C]:            [ J P 2 0 0 3 - 1 6 9 7 9 5 ]

出   願   人            株 式 会 社 ト ク ヤ マ  
Applicant(s):

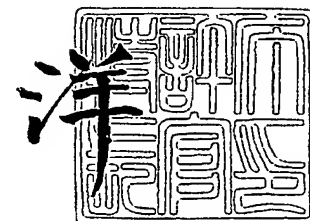


**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 4 年   7 月 1 5 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許願

【整理番号】 TTP0306132

【提出日】 平成15年 6月13日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 C04B037/00

【発明者】

    【住所又は居所】 山口県周南市御影町 1-1 株式会社トクヤマ内

    【氏名】 江崎 龍夫

【特許出願人】

    【識別番号】 000003182

    【氏名又は名称】 株式会社トクヤマ

    【代表者】 中原 茂明

    【連絡先】 東京都渋谷区渋谷 3丁目3番1号 株式会社トクヤマ  
知的財産部 電話 03-3499-8946

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 003584

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 図面 1

    【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 窒化アルミニウム接合体

【特許請求の範囲】

【請求項1】 接合面の一部又は全部に金属層を介在せしめた窒化アルミニウム焼結体の板状接合体であって、上記窒化アルミニウム焼結体と金属層、及び窒化アルミニウム同士が接着剤層を介することなく直接接合され、且つ、該板状接合体中の金属層の反りが $25\mu\text{m}/10\text{mm}$ 以内であることを特徴とする窒化アルミニウム接合体。

【請求項2】 厚みが $1\sim100\text{mm}$ の板状接合体である請求項1記載の窒化アルミニウム接合体。

【請求項3】 金属層が板状接合体の一方の表面から、該板状接合体の全厚みに対して $0.1\sim50\%$ の深さの位置に存在する請求項1又は2記載の窒化アルミニウム接合体。

【請求項4】  $25^{\circ}\text{C}$ から $350^{\circ}\text{C}$ までの昇降温による熱履歴を100回繰り返した後における前記金属層と窒化アルミニウム焼結体との接合面のシヤ強度が、上記熱履歴前のシヤ強度に対して $90\%$ 以上である請求項1記載の窒化アルミニウム接合体。

【請求項5】 焼結助剤の含有率が1重量%以下の2つの窒化アルミニウム焼結体を、一方の窒化アルミニウム焼結体の表面に厚さ $20\mu\text{m}$ 以下の金属層を存在させた状態で、該金属層を介して他方の窒化アルミニウム焼結体を積層し、 $5\sim100\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力で圧接しながら、 $1650\sim1700^{\circ}\text{C}$ の温度で $0.5\sim4$ 時間加熱し、次いで、 $1700^{\circ}\text{C}$ を越え、 $1800^{\circ}\text{C}$ 以下の温度で $2\sim8$ 時間加熱することを特徴とする金属層を有する窒化アルミニウム接合体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、半導体製造装置において、半導体ウエハーを載置して処理するためのプレートヒーターや静電チャックとして有用な窒化アルミニウム接合体に関する



る。詳しくは、金属層を介して接合された窒化アルミニウム焼結体よりなる板状接合体であり、上記用途として使用した場合、半導体ウエハーの処理を均一に行うことが可能であり、且つ、耐久性も良好な接合構造体である。

#### 【0002】

##### 【従来の技術】

シリコンウエハー等の半導体ウエハーに膜付けやエッチング処理等を施す半導体製造装置において、該半導体ウエハーを載置する台として、ヒーターあるいは電極として作用する金属層を内部に埋め込んだセラミックの板状焼結体が使用される。たとえば、ヒーターとして金属層を埋め込んだものはプレートヒーターとして、電極を埋め込んだものは、静電チャックとして使用される。また、静電チャックにおいては、電極と共にヒーターとして機能する金属層を埋め込む場合もある。

#### 【0003】

近年、上記用途に使用するセラミックとして、熱伝導率が良好な窒化アルミニウム焼結体が使用されるようになった。

#### 【0004】

一方、近年の技術革新による高集積化により益々高精度化が要求されていると共に、処理される半導体ウエハーの径も大型化し、例えば、表面に膜付けを行う処理においては、大面積に均一、均質な薄膜を精度良く作製することが、また、エッチング処理においては、半導体ウエハー上に形成された各種薄膜を大面積に均一にエッチングすることが要求されるようになった。

#### 【0005】

このような状況下において、前記プレートヒーターや静電チャックとして使用される金属層を埋め込んだ窒化アルミニウムの板状焼結体は、埋め込まれた金属層がその半導体ウエハーとの接触表面から均一な厚みで存在することが必要である。

#### 【0006】

従来、金属層を埋め込んだ窒化アルミニウムの板状焼結体の製造は、予め金属層を埋め込んで焼結する際の寸法変化により、金属層の断線や変形が著しいため

、一旦板状或いはシート状の焼結体を製造した後、これらの焼結体間に金属層を介して接合することによって金属層を埋め込んだ窒化アルミニウム焼結体よりなる板状接合体として得るのが一般的であった。

#### 【0007】

例えば、窒化アルミニウム焼結体の板状物の間に金属層を介在せしめて接着剤によって接合する方法が実施されていた。ところが、従来の接着剤は、焼結体の接合に高温を要し、かかる熱によって焼結体の変形が起こり、これに伴って金属層にも反りが発生するという問題があった。

#### 【0008】

そこで、かかる接着剤として組成を改良してその接着温度を低下せしめた接着剤を使用することによって反りを改善する方法が提案されている（特許文献1参照）。

#### 【0009】

上記方法によって、得られる接合体の反りはある程度改良することができるが、改善の余地があった。また、接着剤層とこれによって接合される窒化アルミニウム焼結体とは異種材料で構成されるため、金属層が部分的に存在し、窒化アルミニウム焼結体同士が該接着剤層によって接合されている場合は、熱履歴により接合部の強度が経時的に低下するという現象を招くことがある。

【特許文献1】 特開2000-252045号公報

#### 【発明が解決しようとする課題】

したがって、本発明の目的は、金属層を介して接合された窒化アルミニウム焼結体よりなる板状接合体において、接着剤を使用することなく、且つ、該金属層の反りが極めて低く抑えられた接合体を得ることを目的とするものである。

#### 【0010】

#### 【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題を解決するため鋭意研究を重ねた。その結果、窒化アルミニウム焼結体の接合面に対して、特定の圧力をかけながら、特定の温度制御下に加熱することによって、接着層を介することなく、十分な強度で窒化アルミニウム焼結体と金属層、及び窒化アルミニウム焼結体同士の接着を行うことが可能

であり、しかも、内在する金属層の反りが著しく低く抑えられた、従来に無い窒化アルミニウム焼結体よりなる接合体の開発に成功し、本発明を完成するに至った。

#### 【0011】

即ち、本発明は、接合面の一部又は全部に金属層を介在せしめた窒化アルミニウム焼結体の板状接合体であって、上記窒化アルミニウム焼結体と金属層、及び窒化アルミニウム同士が接着剤層を介することなく直接接合され、且つ、該板状接合体中の金属層の反りが $25\mu\text{m}/10\text{mm}$ 以内であることを特徴とする窒化アルミニウム接合体（以下、A1N板状接合体ともいう。）である。

#### 【0012】

##### 【発明実施の形態】

##### （A1N板状接合体）

以下、本発明を図面に従って詳細に説明するが本発明の態様は、かかる図面に示されたものに何ら限定されるものではない。

#### 【0013】

図1は、本発明のA1N板状接合体の代表的な態様を示す部分破断斜視図である。また、図2は、A1N板状接合体における金属層の反りの測定方法を示す概念図である。

#### 【0014】


本発明のA1N板状接合体は、金属層2を介在せしめて窒化アルミニウム焼結体1-a、1-bが直接接合されてなる板状接合体である。

#### 【0015】

上記窒化アルミニウム焼結体は、公知の方法によって得られたものが特に制限無く使用されるが、焼結体中の酸素濃度が1%以下であり、焼結助剤が0.5%以下の焼結体を使用するのが好ましい。

#### 【0016】

また、本発明において、前記金属層2は、前記ヒータープレートや静電チャックの用途において、電極、ヒーターの回路パターンを形成するものであり、図1に示すように単純にベタのパターンで存在する場合もあるし、線状のパターンで



存在する場合もある。

**【0017】**

また、上記金属層を構成する材質は、タングステン、モリブデン、白金、チタン、銅等の金属が代表的である。

**【0018】**

上記金属層の占める割合は、一般に接合面の一部であっても全体であってもよいが、一般に、金属層の反りが発生し易いのは、接合面に対して50～90%、好ましくは、60～80%の範囲で金属層が存在する場合であり、本発明はかかる範囲で金属層を有するAlN板状接合体において、より効果的である。

**【0019】**

また、上記金属層の厚みは、20  $\mu$ m以下、特に、5～15  $\mu$ mの厚みが好ましい。

**【0020】**

一方、接合前の窒化アルミニウム焼結体1-a、1-bは、接合後に所期の厚みのAlN板状接合体が得られるようにそれぞれの厚みが適宜決定される。例えば、各焼結体と同じ厚みであってもよいし、厚みが異なってもよい。一般には、半導体ウェハーを載置する面側の厚み他方に対して薄くなるように決定することが好ましい。

**【0021】**

上記AlN板状接合体の厚みは、用途によっても多少異なるが、1～100 mmが一般的である。

**【0022】**

本発明のAlN板状接合体は、上記窒化アルミニウム焼結体が金属層を介在させて、直接接合されてなる。この「直接」とは、従来使用されていた接着剤層を介することなく接合することの意味であり、金属層が部分的に存在する場合は、窒化アルミニウム焼結体同士、及び、窒化アルミニウム焼結体と金属層とが、また、金属層が全体に存在する場合は、窒化アルミニウム焼結体と金属層とが接着剤層を介することなく、直接接合される。

**【0023】**

上記直接接合による接合強度は、ダイシェアテスターによって測定されるシェア強度が、窒化アルミニウム焼結体間で  $9.5 \sim 11.0 \text{ kg/mm}^2$ 、特に、 $10.0 \sim 11.0 \text{ kg/mm}^2$  であり、窒化アルミニウム焼結体-金属層間で、 $2.5 \sim 4.0 \text{ kg/mm}^2$ 、特に、 $3.0 \sim 4.0 \text{ kg/mm}^2$  である。

#### 【0024】

本発明の A1N 板状接合体においては、上記高い接合強度で、接合体が構成されているため、接着剤層を介在させる場合に比べて、異種材料との界面が少なく、熱の繰り返し履歴に対する強度低下が極めて小さいという効果を有する。

#### 【0025】

因みに、本発明の A1N 板状接合体は、 $25^\circ\text{C}$  から  $350^\circ\text{C}$  までの昇降温による熱履歴を 100 回繰り返した後における前記金属層と窒化アルミニウム焼結体との接合面のシェア強度が、上記熱履歴前のシェア強度に対して 90% 以上という極めて良好な耐熱履歴特性を示す。

#### 【0026】

本発明の A1N 板状接合体の最大の特徴は、上記接合体において、金属層の反りが著しく少ないという点にある。即ち、本発明の A1N 板状接合体は、接着剤層を介することなく接合体としたこと自体にも特徴があるが、接合体中に埋設した金属層の反りも極めて小さいという特徴を有する。

#### 【0027】

本願明細書において、上記金属層の反り (W) は、図 2 に示すように、金属層に対して直角の切断面において、該金属層の端点を結ぶ線 (一点鎖線) より最も遠い金属層の距離 (R;  $\mu\text{m}$ ) を測定し、これを端点間の長さ (L; mm) により下記式によって求めた値である。

#### 【0028】

$$W (\mu\text{m}/10\text{mm}) = R/L \times 10$$

本発明にかかる A1N 板状接合体は、上記反りが、 $5 \sim 25 \mu\text{m}/10\text{mm}$ 、特に、 $10 \sim 20 \mu\text{m}/10\text{mm}$  という優れた物性を示す。

#### 【0029】

このような優れた低反り特性は、従来の接着剤を使用する A1N 板状接合体で



は達成できない値であり、前記直接接合における後記の特殊な製造技術によって初めて達成された値である。

#### 【0030】

(A1N板状接合体の製造方法)

本発明のA1N板状接合体の製造方法は、特に制限されるものではないが、代表的な方法を例示すれば、下記の方法が挙げられる。

#### 【0031】

即ち、本発明によれば、焼結助剤の含有率が1重量%以下の2つの窒化アルミニウム焼結体を、一方の窒化アルミニウム焼結体の表面に厚さ $20\mu\text{m}$ 以下の金属層を存在させた状態で、該金属層を介して他方の窒化アルミニウム焼結体を積層し、 $5\sim 100\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力で圧接しながら、 $1650\sim 1700^\circ\text{C}$ の温度で $0.5\sim 4$ 時間加熱し、次いで、 $1700^\circ\text{C}$ を越え、 $1800^\circ\text{C}$ 以下の温度で $2\sim 8$ 時間加熱することを特徴とする金属層を有する窒化アルミニウム接合体の製造方法をも提供される。

#### 【0032】

本発明の上記製造方法において、A1N板状接合体を構成するための窒化アルミニウム焼結体は、焼結助剤の含有率を1重量%以下、好ましくは、 $0.5$ 重量%以下とすることが、後記温度下での処理によって、接着剤を介在させることなく確実に接合を行うために好ましい。また、前記したように、接合する窒化アルミニウム焼結体は、両方が同一の厚みのものでもよいし、異なってもよい。

#### 【0033】

上記窒化アルミニウム焼結体の製造方法は、一般には、窒化アルミニウム粉末と有機バインダーよりなる造粒粉末、もしくはペーストを板状（シート或いはフィルム）の厚みを含む）に成形後、該有機バインダーを分解除去（脱脂）した後、焼成することによって得ることもできるが、本発明においては、窒化アルミニウム粉末100重量部、アクリルバインダー4重量部、長鎖炭化水素エーテル系分散剤 $0.5$ 重量部、トルエン115重量部、エタノール7重量部をボールミルで15時間混合して、得られた混合粉末をスプレードライヤーを用いて造粒した後、造粒粉末を金型成型する。その後、冷間静水圧プレス法により成型し、当該成

型体を空气中 580℃で脱脂、窒素雰囲気中 1870℃で焼成することにより製造する方法が採用される。

#### 【0034】

上記のようにして得られた焼結体の表面は、面粗さ  $R_a : 0.8 \mu m$  以下となるように研削加工を施すことが、後記の金属層、更には窒化アルミニウム焼結体同士を強固に 3 を  $10 \mu m$  の厚みでスパッタリング法により形成し、当該金属層が形成された面と誘電体 2 とを密着させ接合体を形成する。接合体を形成する条件は以下のとおりである。

誘電体 1 と誘電体 2 とを重ね合わせた状態で  $5 \sim 100 \text{ kg/mm}^2$  の圧力で圧接しながら、 $1650 \sim 1700^\circ\text{C}$  で 0.5～4 時間、その後、 $1750 \sim 1800^\circ\text{C}$  で 2～8 時間保持することにより金属層を内面に有する接合体を形成することができる。

#### 【0035】

前記方法において金属層の形成は、接合される一方の窒化アルミニウム焼結体の表面に予め存在せしめておくことが、確実にその配置を決めることができると共に、回路パターンが複雑な場合、かかるパターンを保護することができるために好ましい。具体的な方法を例示すれば、金属ペーストとして塗布し、これを焼結せしめる方法、イオンプレーティング法によって窒化アルミニウム焼結体の表面に金属層を形成させる態様等が挙げられる。

#### 【0036】

上記金属層の厚みは、前記したように  $20 \mu m$  以下、特に、 $5 \sim 15 \mu m$  の厚みで形成することが、金属層が存在しない部分の窒化アルミニウム焼結体同士の接着を確実にを行うために好ましい。

#### 【0037】

本発明の AlN 板状接合体の製造方法において、金属層を形成した窒化アルミニウム焼結体と他方の窒化アルミニウム焼結体との接合は、金属層を介するように両者を積層し、加圧下に 2 段階で加熱を行う。

#### 【0038】

先ず、1 段階では、 $5 \sim 100 \text{ kg/cm}^2$ 、好ましくは、 $10 \sim 30 \text{ kg/cm}^2$

$\text{cm}^2$  の圧力で圧接しながら、 $1650 \sim 1700^\circ\text{C}$ 、好ましくは  $1650 \sim 1680^\circ\text{C}$  の温度で  $0.5 \sim 4$  時間、好ましくは、 $1 \sim 2$  時間加熱して処理を行うことが好ましい。

#### 【0039】

また、2 段目では、 $1700^\circ\text{C}$  を越え、 $1800^\circ\text{C}$  以下、好ましくは  $1750 \sim 1790^\circ\text{C}$  の温度で  $2 \sim 8$  時間、好ましくは、 $4 \sim 6$  時間加熱することが目的とする A1N 板状接合体を得るために好ましい。

#### 【0040】

即ち、上記方法において、1 段目の加熱温度を一度に 2 段目の温度まで上昇して処理を行った場合、接合基板に大きな反りが発生し易く、また、加熱温度が  $1650^\circ\text{C}$  より低い場合、接合が困難となる。

#### 【0041】

また、1 段目の加熱時間が上記範囲より短い場合は、前述の 1 段目加熱温度を 2 段目の温度まで上昇させた場合と同様に反りの問題が生じ、また、上記範囲より長い場合は、金属層金属の基板への拡散が進み、金属層の基板内分布が不均一になるという問題が生じる。

#### 【0042】

一方、2 段目の加熱温度が、前記範囲より高い場合、金属層の窒化アルミニウム基板への拡散が進み、金属層分布が不均一になるという問題が生じ、加熱温度が  $1700^\circ\text{C}$  より低い場合、という問題が生じる。

#### 【0043】

また、2 段目の加熱時間が上記範囲より短い場合は、接合不十分により、接合強度が低下するの問題が生じ、また、上記範囲より長い場合は、反りが大きくなるという問題が生じる。

#### 【0044】

さらに、上記 1 段目、2 段目の加熱を通じて、窒化アルミニウム焼結体の接合面に作用する圧力が、前記範囲より小さい場合は、接合力が低下し、また、強すぎる場合は、焼結体の破損が起こり、歩留りが低下する。

#### 【0045】

上記本発明の方法により、接着剤を使用せずに、しかも反りの発生を抑えながら、目的とするAlN板状接合体を得ることができる機構について、本発明者らは、次のように推定している。

#### 【0046】

即ち、1段目の加熱により、接触している焼結体粒子同士が接合し、接合する窒化アルミニウム基板が固定化され、2段目でより強固な接合が起こることにより、反りが少ない接合体ができると推定される。また、接着剤を使用しないため、著しい粒界移動が起こらず、反りが発生しにくくなっているものと推定される。

#### 【0047】

##### 【発明の効果】

本発明のAlN板状接合体は、金属層の反りが小さく抑えられていることから、当該金属層に電圧を印加して、誘電体1に電界を形成する場合、位置に依存することなく均一な電界を形成することが可能である。また、熱履歴に対しても、耐久性があり、より信頼性の高い作動が期待できる。

#### 【0048】

従って、本発明のAlN板状接合体は、半導体製造装置に使用される静電チャック、プレートヒーターとして、極めて有効に使用される。

#### 【0049】

##### 【実施例】

以下に実施例、比較例を挙げ本発明の効果をより詳しく説明する。尚、本発明は以下に記述する実施例に限定されるものではないことは言うまでもない。実施例中に示される金属層中の反りは下記のようにして測定した。

#### 【0050】

##### (1) 金属層の反り(W)の測定

AlN板状接合体を2分割した各断面について、図2に示すように、金属層に対して直角の切断面において、該金属層の端点を結ぶ線（一点鎖線）より最も遠い金属層の距離（R； $\mu\text{m}$ ）を測定し、これを端点間の長さ（L；mm）により下記式によって求め、最も大きい値を金属層の反りとして表示した。

## 【0051】

$$W (\mu\text{m}/10\text{mm}) = R/L \times 10$$

## (2) 耐熱履歴特性

A1N板状接合体をサーマルショックチャンバー（エスベック（株）製、型式TSC-103（W））に入れ、25℃から350℃まで30分で昇温した後、25℃まで30分で冷却する昇降温を100回繰り返した後の接合体の接合界面のシア強度を測定し、熱履歴を与える前のシア強度に対する割合を下記式で算出し、耐熱履歴特性として表示した。

## 【0052】

$$\text{耐熱履歴特性}(\%) = \text{熱履歴後のシア強度} \times 100 / \text{熱履歴前のシア強度}$$

## 実施例 1

直径40mm、厚み6mmの焼結助剤無添加窒化アルミニウム基板（（株）トクヤマ、SH-50、Y0.02%，Ra0.4）の一方面に外周から5mm幅の部分をアルミ製マスクで覆い、イオンプレーティング法にてTi0.2ミクロン、W1ミクロンの順に成膜した。次に成膜を施していない窒化アルミニウム基板SH-50をTi/W膜が内側になるように重ねてカーボン製試料治具にて固定し、ホットプレス炉に入れた。その後荷重300kgf（圧力23.9kg/cm<sup>2</sup>）をかけながら、窒素気流中1650℃で2時間保持した後、昇温速度10℃/分で1750℃まで昇温後、4時間保持した。室温まで冷却後、炉から取り出し、A1N板状接合体を得た。

## 【0053】

得られたA1N板状接合体について金属層の反りは、12μm/10mmであった。次に、接合界面のシア強度を測定したところ、金属層を含む界面で3.8kg/mm<sup>2</sup>であり、金属層を含まない界面では10kg/mm<sup>2</sup>であった。また、耐熱履歴特性は100%であった。

## 【0054】

## 実施例 2

直径326mm、厚み10mmの焼結助剤無添加窒化アルミニウム基板（（株）

トクヤマ、SH-50、イットリア0.02%、Ra0.4)の一方面に、イオンプレーティング法にてTi0.2ミクロン、W1ミクロンの順に成膜した。次に成膜面の中心から半径146mmの範囲をマスクングして、外周から17mm幅のTi/W膜を5vol%フッ酸/5vol%硝酸1:1混合溶液に浸漬し除去した。

#### 【0055】

次に、成膜を施していない窒化アルミニウム基板SH-50をTi/W膜が内側になるように重ねてカーボン製試料治具にて固定し、ホットプレス炉に入れた。その後荷重20tf(圧力24.0kg/cm<sup>2</sup>)をかけながら、窒素気流中1690℃で2時間保持した後、昇温速度3℃/分で1790℃まで昇温後、4時間保持した。室温まで冷却後、炉から取り出し、AlN板状接合体を得た。

#### 【0056】

得られたAlN板状接合体について金属層の反りは、17μm/10mmであった。次に、接合界面のシヤ強度を測定したところ、金属層を含む界面で3.5kg/mm<sup>2</sup>であり、金属層を含まない界面では10kg/mm<sup>2</sup>であった。また、耐熱履歴特性は100%であった。

#### 【0057】

##### 実施例3～5

実施例1と同様の基板を用い、実施例1と同様の方法で、保持温度、保持時間、荷重の接合条件を変えてAlN板状接合体を得た。接合条件を表1に、AlN板状接合体中の金属層の反り、シヤ強度、熱履歴特性を表2に示す。

#### 【0058】

##### 実施例6

直径40mm、厚み6mmの焼結助剤無添加窒化アルミニウム基板((株)トクヤマ、SH-50、イットリア0.02%、Ra0.4)の一方面に、イオンプレーティング法にてTi0.2ミクロン、W9ミクロンの順に成膜した。次に、実施例2と同じ条件で接合し、AlN板状接合体を得た。

#### 【0059】

得られたAlN板状接合体について金属層の反りは、19μm/10mmであ

った。次に、接合界面のシエア強度を測定したところ、金属層を含む界面で  $3.1 \text{ kg/mm}^2$  であり、金属層を含まない界面では  $10 \text{ kg/mm}^2$  であった。また、耐熱履歴特性は 99% であった。

#### 【0060】

##### 比較例 1

直径 40 mm、厚み 6 mm の焼結助剤無添加窒化アルミニウム基板（（株）トクヤマ、SH-50、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  0.02%、 $\text{Ra}$  0.4）の一方面に外周から 5 mm 幅の部分をアルミ製マスクで覆い、イオンプレーティング法にて  $\text{Ti}$  0.2 ミクロン、 $\text{W}$  1 ミクロンの順に成膜した。

#### 【0061】

次に、成膜を施していない窒化アルミニウム基板 SH-50 に、接着剤として  $\text{AlN}-\text{Y}_2\text{O}_3$  スラリー（ $\text{AlN}$  100 部、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  5 部、アクリルバインダー 4 重量部、長鎖炭化水素エーテル系分散剤 0.5 重量部）を塗布した後、 $\text{Ti}/\text{W}$  膜が内側になるように重ねてカーボン製試料治具にて固定し、ホットプレス炉に入れた。

#### 【0062】

その後、荷重  $300 \text{ kgf}$ （圧力  $23.9 \text{ kg/cm}^2$ ）をかけながら、窒素気流中  $1650^\circ\text{C}$  で 2 時間保持した後、昇温速度  $10^\circ\text{C/分}$  で  $1750^\circ\text{C}$  まで昇温後、4 時間保持した。室温まで冷却後、炉から取り出し、接着剤層を有する  $\text{AlN}$  板状接合体を得た。

#### 【0063】

得られた  $\text{AlN}$  板状接合体は、目視でも明らかに湾状に反っていた。上記  $\text{AlN}$  板状接合体表面を研削して、平らにした後、測定される金属層の反りは、 $297 \mu\text{m}/10 \text{ mm}$  であった。次に、接合界面のシエア強度を測定したところ、金属層を含む界面で  $2.0 \text{ kg/mm}^2$  であり、金属層を含まない界面では  $6 \text{ kg/mm}^2$  であった。また、耐熱履歴特性は 68% であった。

#### 【0064】

【表 1】

表1

	焼結 助剤 含有率 %	試料サイズ mm	金属層 厚み μm	接合面の 金属層 の割合 %	接合 温度 1 ℃	接合 時間 1 時間	接合 温度 2 ℃	接合 時間 2 時間	荷重 t	圧力 kg/cm <sup>2</sup>
実施例 1	0.02	φ 40×t6	1.2	57	1650	2	1750	4	0.3	23.9
実施例 2	0.02	φ 326×t10	1.2	80	1690	2	1790	4	20	24.0
実施例 3	0.02	φ 40×t6	1.2	57	1650	1	1750	2	0.3	23.9
実施例 4	0.02	φ 40×t6	1.2	57	1650	1	1750	8	0.3	23.9
実施例 5	0.02	φ 40×t6	1.2	57	1650	2	1750	4	1	79.6
実施例 6	0.02	φ 40×t6	9.2	57	1650	2	1750	4	0.3	23.9
比較例 1	0.02	φ 40×t6	1.2	57	1650	2	1750	4	0.3	23.9

【表 2】

表2

	シア強度 (含金属層)	シア強度	反り	耐熱履歴 特性
	kg/mm <sup>2</sup>	kg/mm <sup>2</sup>	μm/10mm	%
実施例 1	3.8	10	12	100
実施例 2	3.5	10	17	100
実施例 3	3.1	10	13	99
実施例 4	3.2	10	18	99
実施例 5	3.5	10	18	100
実施例 6	3.1	10	19	99
比較例 1	2.0	6	297	68

## 【図面の簡単な説明】

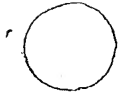
【図 1】 本発明の A 1 N 板状接合体の代表的な態様を示す部分破断斜視図

【図 2】 本発明において金属層の反りの測定の概念図

## 【符号の説明】

1 窒化アルミニウム焼結体

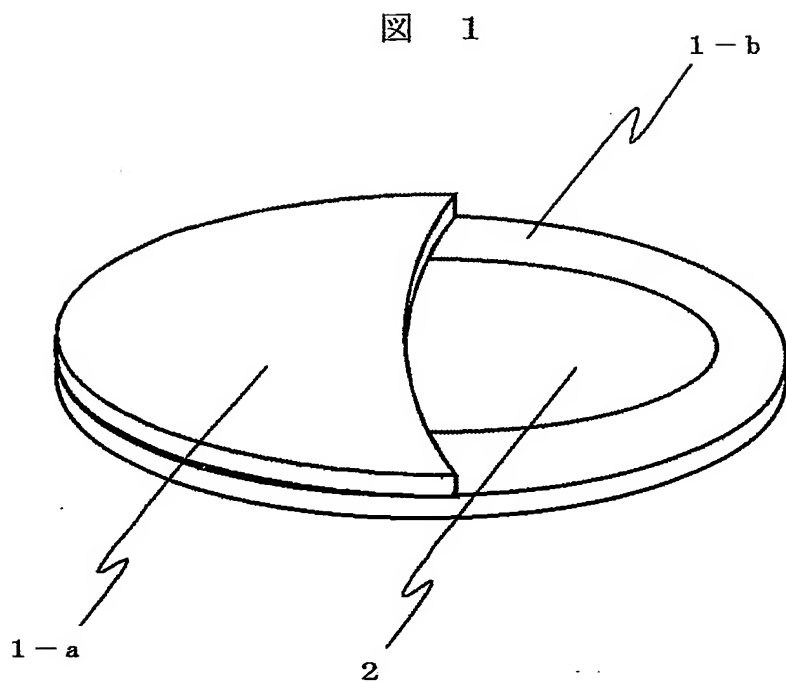




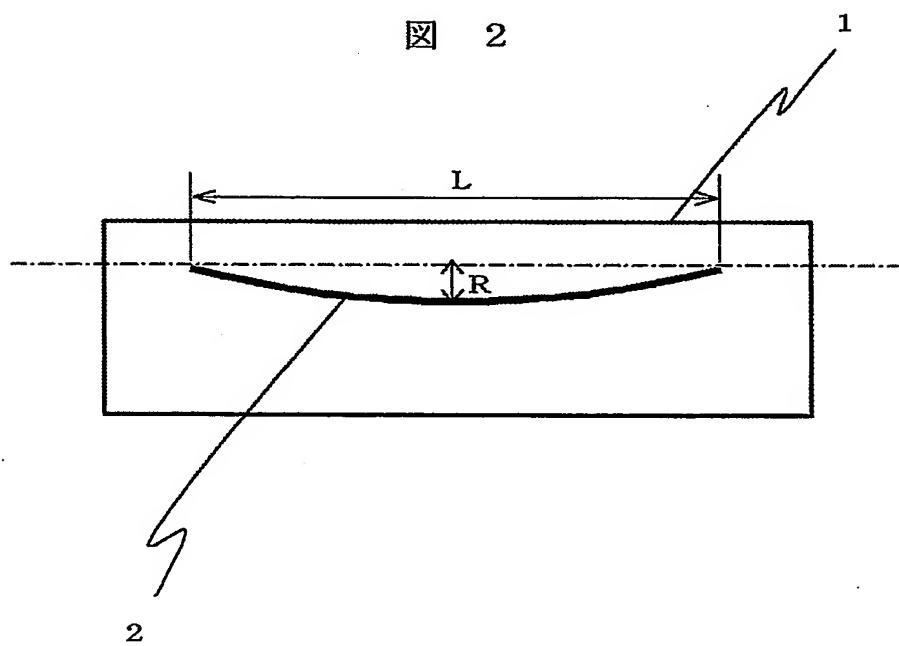
2 金属層

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】





【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 半導体製造装置において、半導体ウエハーを載置して処理するためのプレートヒーターや静電チャックとして有用な窒化アルミニウム接合体に関する。詳しくは、金属層を介して接合された窒化アルミニウム焼結体よりなる板状接合体であり、上記用途として使用した場合、半導体ウエハーの処理を均一に行うことが可能であり、且つ、耐久性も良好な接合構造体を提供する。

【解決手段】 接合面の一部又は全部に金属層を介在せしめた窒化アルミニウム焼結体の板状接合体であって、上記窒化アルミニウム焼結体と金属層、及び窒化アルミニウム同士が接着剤層を介することなく直接接合され、且つ、該板状接合体中の金属層の反りが $25\mu\text{m}/10\text{mm}$ 以内である窒化アルミニウム接合体である。

【選択図】 なし

特願 2003-169795

出願人履歴情報

識別番号

[000003182]

1. 変更年月日

2003年 4月23日

[変更理由]

住所変更

住所

山口県周南市御影町1番1号

氏名

株式会社トクヤマ

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**